



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **04001151 A**(43) Date of publication of application: **06.01.92**

(51) Int. Cl.

C07C 43/23
C07C 41/03
C07C 41/40
// B01J 23/04
B01J 31/02
C07B 61/00

(21) Application number: **02099574**(22) Date of filing: **16.04.90**(71) Applicant: **mitsui petrochem ind ltd**

(72) Inventor: **KAYA MASARU**
OGINO TAKAO

(54) **PRODUCTION OF**
1,3-BIS(2-HYDROXYETHOXY)BENZENE

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject compound in a crystalline state by reacting resorcin with ethylene oxide in the presence of water and alkali catalyst to give at least a constant weight ratio of by-produced 1mol adduct/3mol adduct, cooling and crystallizing.

CONSTITUTION: Resorcin is reacted with ethylene oxide in the presence of water and alkali catalyst to produce 1,3-bis(2-hydroxyethoxy)benzene. In the process, the

reaction is performed so as a weight ratio of by-produced 3-(2-hydroxyethoxy)phenol as a 1mol adduct to 1-(2-hydroxyethoxy)-3-[2-(2'-hydroxyethoxy)ethoxy]benzene as a 2 mol adduct to be ≈ 0.4 and resultant reaction mixture is cooled and crystallized to obtain a powdery or granular crystal by readily performed handling operation. Resultant crystal is taken out by centrifuge and water content of the crystal is low, then drying of the crystal is performed for a short time.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平4-1151

⑬ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)1月6日

C 07 C 43/23

B 7188-4H

41/03

41/40

// B 01 J 23/04

31/02

C 07 B 61/00

1 0 2

3 0 0

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造方法

⑯ 特 願 平2-99574

⑰ 出 願 平2(1990)4月16日

⑱ 発 明 者 嘉 屋 勝 山口県玖珂郡和木町和木6丁目1番2号 三井石油化学工業株式会社内

⑲ 発 明 者 荻 野 隆 男 山口県玖珂郡和木町和木6丁目1番2号 三井石油化学工業株式会社内

⑳ 出 願 人 三井石油化学工業株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

㉑ 代 理 人 弁理士 牧野 逸郎

明 細 書

1. 発明の名称

1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造方法

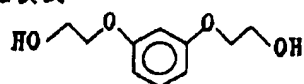
2. 特許請求の範囲

(1) 水及びアルカリ触媒の存在下、レゾルシンにエチレンオキサイドを反応させて、1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを製造する方法において、副生する3-(2-ヒドロキシエトキシ)フェノールと1-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-(2-(2'-ヒドロキシエトキシ)エトキシ)ベンゼンの重量比が0.4以上となるように反応を行なった後、1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを晶析することを特徴とする1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は次式



で表わされる1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造方法に関し、詳しくは反応終了後晶析によつて粒径の大きい結晶を得ることができ、従つてその分離操作が非常に容易であり、またその後も短時間で乾燥することができる1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造方法に関する。

従来の技術

アルカリ触媒の存在下、レゾルシンの水溶液にエチレンオキサイドを加えて1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを製造する方法は既に知られている。この方法においては通常加熱下に反応を行なった後、得られた反応混合物を冷却して1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを晶析し、これを遠心分離によつて分離する。

この方法においては従来反応終了後、1, 3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンが微粉状に晶析し、遠心分離が非常に困難となることがあることが知られており、しかもこのような場合には得られた結晶は含水率が高く、乾燥に長時間を

必要としていた。また微粉状であるためハンドリング操作も困難であることが知られていた。

しかしながら、このような問題を解決し得る方法は見出されていなかった。

発明が解決しようとする課題

本発明は、従来の1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造における上記した問題を解決するためになされたものであつて、反応終了後晶析によつて粒径の大きい結晶を得ることができ、従つてその分離操作が非常に容易であり、またその後も未乾燥又は短時間で乾燥することができ、且つハンドリング操作が容易な1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

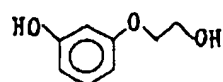
本発明による1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの製造方法は、水及びアルカリ触媒の存在下、レゾルシンにエチレンオキシドを反応させて、1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを製造する方法において、副生する

ことがある。)と共に副生物として3-(2-ヒドロキシエトキシ)フェノール(以下1モル付加物という。)と1-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-(2-(2'-ヒドロキシエトキシ)エトキシ)ベンゼン(以下3モル付加物という。)が生成する。

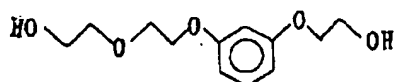
本発明の方法によれば得られる反応混合物において上記副生する1モル付加物/3モル付加物の重量比を0.4以上、好ましくは3.0以上とすることによつて粒径の大きい結晶を晶析によつて得ることができる。一般に上記副生物比を大きくすることにつれて晶析によつて得られる1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの結晶は微粉状から粉末状を経て粒状に変化し、遠心分離も一層容易となると共に、乾燥に要する時間も短くなる。しかし上記副生物比を余りに高くすることは通常は1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの収率を低下させるので好ましくなく、重量比は実用上3程度である。

このように副生物比を所定値以上とするための

3-(2-ヒドロキシエトキシ)フェノール



と1-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-(2-(2'-ヒドロキシエトキシ)エトキシ)ベンゼン



の重量比が0.4以上となるように反応を行なつた後、1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを晶析することを特徴とする。

アルカリ触媒の存在下レゾルシンの水溶液にエチレンオキシドを加えて1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを製造する方法は既に知られている。反応は通常加熱下に水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、トリエチルアミン等のアルカリを使用してレゾルシンに対して2.0~2.5モル程度のエチレンオキシドを反応させることによつて行なわれる。

この反応においては1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン(以下2モル付加物という

反応条件は、用いる触媒やその量、エチレンオキシドのフィード量、反応温度等によつて必ずしも一概に定めることはできないが、しかしその他の条件を一定とすればエチレンオキシドのフィード量を調整することによつて上記副生物比を制御することができる。

本発明の方法においてはエチレンオキシドは通常レゾルシンに対してモル比にて2.0~2.5の範囲で用いられる。反応は通常70~100℃、好ましくは80~90℃の温度にて窒素のような不活性気体雰囲気下0~10 kg/cm² Gの圧力下に行なわれる。反応時間はエチレンオキシドを供給しつつ、2~10時間反応混合物を攪拌し、更にその後適宜時間攪拌する。

反応終了後、得られた反応混合物を冷却し、1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを副生物と共に晶析し、これを遠心分離し、乾燥する。更にこの結晶を常法に従つて処理することによつて、高純度の1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを得ることができる。

発明の効果

以上のように、本発明の方法に従つて水及びアルカリ触媒の存在下レゾルシンにエチレンオキサイドを反応させて1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを製造する方法において、副生する1モル付加物/3モル付加物重量比を0.4以上、好ましくは3.0以上となるように反応を行なつた後、反応混合物を冷却、晶析することによつて、ハンドリング操作の容易な粉末状乃至粒状の結晶を得ることができ、かかる結晶は容易に遠心分離することができる。更にこのようにして得られた結晶は含水率も低く、その乾燥を短時間で行なうことができる。また場合によつては未乾燥でも使用できる。

実施例

以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例により何ら限定されるものではない。

実施例 1

攪拌羽根を備えた耐圧反応容器に水594g、

水酸化ナトリウム2.2g(レゾルシンに対する重量比0.020)及びレゾルシン110gを仕込み、乾燥しながら反応容器内を窒素にて置換した後、窒素で3kg/cm²に加圧し、80℃に加熱した。

次いで、反応容器内にエチレンオキサイド105.6g(レゾルシンに対するモル比2.4)を4時間を要して連続的に加え、更に1時間加熱攪拌を続けた。

反応終了時、得られた反応混合物の組成は第1表に示すように1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン22.70重量%、1モル付加物0.40重量%及び3モル付加物0.63重量%であつて、1モル付加物/3モル付加物重量比は0.63であつた。

反応終了後、反応容器内を脱窒素し、25℃まで15℃/時間の速度で降温させ、1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンを含む結晶を晶析させた。この結晶を遠心分離し、含水した1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼンの結晶を得た。含水した結晶は粉末状であつたが、

遠心分離は比較的容易であつた。また遠心分離後の結晶の含水量は1.2%であつて、乾燥は比較的長時間を要した。

実施例 2～5

第1表に示す反応条件にてレゾルシンに対して2.1～2.3倍モル比のエチレンオキサイドを用い、触媒としてNaOHの他KOHや(C₂H₅)₃Nを使用し、実施例1と同様に反応を行なつた。得られた反応混合物の組成、晶析した結晶の性状及び遠心分離後の結晶の含水量を第1表に示す。

特に、実施例3～5においては晶析した結晶は粒状であつて、このような結晶の遠心分離は非常に簡単であつた。また遠心分離後の結晶の含水量も低く、乾燥は短時間で終了した。

比較例 1～3

第1表に示す反応条件にて、実施例1～5と同様にして反応を行なつた。得られた反応混合物の組成、晶析した結晶の性状及び遠心分離後の結晶の含水量を第1表に示す。

このとき結晶は微粉のため、晶析後の液は泥状

第 1 表

	実 施 例					比 較 例		
	1	2	3	4	5	1	2	3
反応条件								
エチレンオキサイド/レゾルシンモル比	2.4	2.3	2.2	2.2	2.1	2.3	2.4	2.4
触媒	NaOH	NaOH	NaOH	KOH	$(C_2H_5)_3N$	NaOH	KOH	NaOH
触媒/レゾルシン重量比	0.020	0.024	0.024	0.034	0.05	0.030	0.034	0.024
反応混合物組成								
1 モル付加物 (重量%)	0.40	0.45	1.09	1.28	2.66	0.18	0.20	0.11
2 モル付加物 (重量%)	22.70	22.76	22.49	20.85	24.48	21.71	22.92	22.39
3 モル付加物 (重量%)	0.63	0.53	0.18	0.19	0.22	1.48	1.37	1.36
1 モル付加物/3 モル付加物重量比	0.63	0.85	6.1	6.7	12.1	0.12	0.15	0.08
結晶性状	粉末状	粉末状	粒状	粒状	粒状	微粉	微粉	微粉
結晶含水率	12	8	5	3	2.5	22	16	25

となり、遠心分離操作は非常に困難となった。また遠心分離して得られた結晶の水分は20%以上もあり、乾燥に長時間を要した。

特許出願人 三井石油化学工業株式会社

代理人 弁理士 牧 野 逸 郎

